

Kovalente Uranverbindungen des Typs $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$

Konrad Seppelt

Anorganisch-Chemisches Institut der Universität Heidelberg,
D-6900 Heidelberg 1, Im Neuenheimer Feld 270

Eingegangen am 21. Juli 1975

Reines $U(OTeF_5)_6$ wurde dargestellt und ist leicht flüchtig, trotz der meines Wissens höchsten Molmasse (1669) für eine anorganisch nichtpolymere Verbindung. Darüber hinaus wurden alle Verbindungen der allgemeinen Formel $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ nachgewiesen.

Covalent Compounds of Uranium of the Type $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$

Pure $U(OTeF_5)_6$ is prepared. It is volatile in spite of the molecular weight of 1669 mass units and seems to be the inorganic nonpolymeric molecule with the highest molecular weight known. All compounds $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ have been detected by the n. m. r. method.

Flüchtige Verbindungen des Urans sind nur wenige bekannt, obwohl das Interesse an solchen Verbindungen wegen der Isotopentrennung sehr groß ist. Uranhexafluorid wird heute noch zur Isotopentrennung benutzt und ist physikalisch sehr gut untersucht, über die Chemie ist jedoch nur wenig bekannt¹⁾. Uranhexachlorid ist bereits schwerer flüchtig und gibt beim Erwärmen Chlor ab. Uranhexamethylat und andere Alkoxyolate sowie Silanolate wurden beschrieben^{2,3)}. Kürzlich wurde über Uranchloridazide berichtet⁴⁾. Versuche zur Herstellung von Uranchloridfluoriden, z. B. $UClF_5$, sind fehlgeschlagen⁵⁾. Dies war nicht sonderlich überraschend, sind doch schon die entsprechenden Verbindungen des Wolframs, z. B. $WClF_5$, nicht stabil (Abgabe des Chlors⁶⁾), während sechswertige Hauptgruppenchloridfluoride viel stabiler sind: $SClF_5$, $SeClF_5$, $TeClF_5$.

Der Chlorligand ist mit seiner Größe und Elektronegativität offensichtlich an der Grenze dessen, was zur Stabilisierung des sechswertigen Urans nötig ist.

$U(OTeF_5)_6$

Durch zahlreiche Arbeiten ist nun bekannt, daß die $OSeF_5$ - oder $OTeF_5$ -Gruppe stark elektronegative Liganden darstellen. Insbesondere seit der Herstellung der Übergangsmetallderivate $CrO_2(OSeF_5)_2$, $VO(OSeF_5)_3$, $Ti(OTeF_5)_4$ und $ClW(OTeF_5)_5$ ⁷⁾ war nicht mehr daran zu zweifeln, daß solche Derivate auch vom Uran erhältlich sein müßten.

¹⁾ J. J. Katz und G. T. Seaborg, *The Chemistry of the Actinide Elements*, S. 181, Methuen & Co, London 1957.

²⁾ R. G. Jones, E. Bindschadler, D. Blume, G. Karmas, G. A. Martin jr., J. R. Thirtle, F. A. Yeoman und H. Gilman, *J. Amer. Chem. Soc.* **78**, 6030 (1956).

³⁾ D. C. Bradley, R. N. Kapoor und B. C. Smith, *J. Chem. Soc.* **1963**, 204.

⁴⁾ W. Kolitsch und U. Müller, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **410**, 21 (1974).

⁵⁾ T. A. Donnel und D. F. Stewart, *Inorg. Chem.* **5**, 1438 (1966).

⁶⁾ G. W. Fraser, C. J. W. Gibbs und R. D. Peacock, *J. Chem. Soc. A* **1970**, 1708.

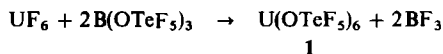
⁷⁾ K. Seppelt, *Chem. Ber.* **108**, 1823 (1975).

Im Rahmen der Untersuchungen zur Chemie der $OSeF_5$ - und $OTeF_5$ -Gruppe war es Ziel dieser Arbeit, sechs solcher Gruppen um ein Zentralatom anzuordnen. Die maximale Zahl war bisher fünf für die $OTeF_5$ -Gruppe im $ClW(OTeF_5)_5$ ⁷⁾ und vier für die $OSeF_5$ -Gruppe in $Br(OSeF_5)_4$ ⁸⁾. Wie schon bei den vorangegangenen Versuchen mit Nebengruppenelementen gezeigt wurde, ist die Höhersubstitution besser mit der $OTeF_5$ -Gruppe zu erreichen. Tatsächlich konnte die Verbindung $U(OSeF_5)_6$ bisher nicht erhalten werden.

Zur Einführung dieser Liganden bot sich eine Möglichkeit an, die in vielen anderen Fällen schon zum Erfolg geführt hat⁷⁾: Reaktion der Quecksilbersalze $Hg(OSeF_5)_2$ bzw. $Hg(OTeF_5)_2$ mit Uranhexachlorid oder -hexafluorid. Ausgehend vom Uranhexachlorid führt eine solche Reaktion zur Reduktion des sechswertigen Urans. Die Reaktion von Uranhexafluorid mit den Quecksilbersalzen erfolgt sehr langsam und ergibt NMR-spektroskopisch nachweisbare Mengen an $F_5U-OTeF_5$ und $F_5U-OSeF_5$.

Erst die Anwendung von $B(OTeF_5)_3$ ⁹⁾ und $F_3Si-OTeF_5$ ¹⁰⁾ führte zum Erfolg. Allein die Tatsache, daß beide Verbindungen in der Selenreihe bis jetzt nicht existieren, ist dafür verantwortlich, daß sich die Untersuchungen auf die tellurhaltigen Verbindungen beschränken.

Die Reaktion der Bor- und Siliciumderivate der Pentafluororthotellursäure mit Uranhexafluorid erfolgt spontan und mit mäßiger Wärmetönung:



1 ist ein gelber, kristalliner Festkörper, der bei 160°C schmilzt. Durch Sublimation im Vakuum kann die Verbindung in großen Kristallen erhalten werden.

1 enthält tatsächlich sechs $OTeF_5$ -Gruppen, wie durch physikalische Untersuchungen gezeigt werden kann: Das ¹⁹F-Kernresonanzspektrum zeigt im Gebiet der Uranfluoride (s. w. u.) kein Signal, dagegen beobachtet man das typische AB_4 -Spektrum der $OTeF_5$ -Gruppen¹¹⁾.

Der Hauptbeweis erfolgte jedoch mit dem Massenspektrometer, siehe Abb. 1. Der Molekülpeak konnte aufgefunden werden sowie eine große Anzahl von Fragment-Ionen. Wie schon beim $ClW(OTeF_5)_5$ ist die Massenbestimmung dieser extrem hohen Massen nur durch eine ungenaue Extrapolation möglich, weil keine Vergleichssubstanzen zur Verfügung stehen. Die charakteristische Isotopenverteilung des Tellurs diene auch hier als Beweis, da der Molekülpeak z. B. sechs Telluratome enthält. Diese Überlegung basiert darauf, daß neben Fluor auch Sauerstoff und Uran praktisch reinisotope Elemente sind; denn das Uranisotop 235 ist in dem dem Chemiker zur Verfügung stehenden Uran stark angereichert. Zur Berechnung der Isotopenverteilung war Computerhilfe nötig. Theoretisch erstreckt sich der Molekülpeak über 60 Masseneinheiten, von denen aber nur die Hälfte sichtbar sind. Auffallend dominieren im Massenspektrum die charakteristischen Zweierabstände, weil Tellur hauptsächlich geradzahlige Isotopenmassen besitzt.

⁸⁾ K. Seppelt, Chem. Ber. **106**, 1920 (1973).

⁹⁾ F. Sladky, H. Kropshofer und O. Leitzke, J. Chem. Soc., Chem. Commun. **1973**, 134.

¹⁰⁾ K. Seppelt, in Vorbereitung.

¹¹⁾ K. Seppelt, Z. Anorg. Allg. Chem. **399**, 65 (1973).

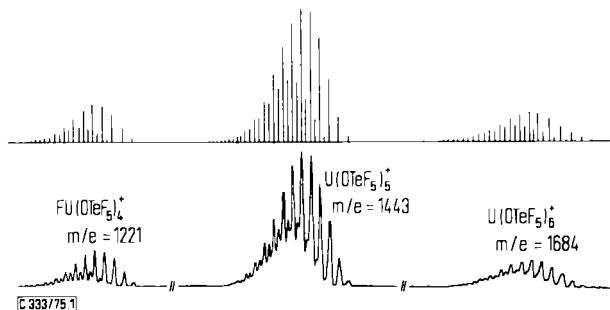


Abb. 1. Massenspektrum von $U(OTeF_5)_6$, Ausschnitt der höchsten Massenzahlen.
Oben: Berechnete Isotopenverteilung von vier, fünf und sechs Telluratomen pro Molekül

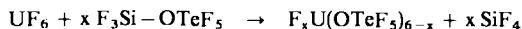
Die Verbindung hat in erster Näherung Kugelstruktur, womit auch die Flüchtigkeit zu erklären ist.

Eine Besonderheit des Moleküls: Unseres Wissens ist **1** die anorganische nichtpolymere Verbindung mit der höchsten Molekülmasse.

Zur weiteren Strukturaufklärung dieser Verbindung ist eine Einkristall-Röntgenstrukturanalyse in Arbeit ^{1,2)}.

$F_xU(OTeF_5)_{6-x}$

Die Substitution am Uranhexafluorid erfolgt natürlich stufenweise. Arbeitet man also mit weniger $B(OTeF_5)_3$ oder $F_3Si-OTeF_5$ als zur Vollsubstitution nötig ist, sind Zwischenprodukte nachweisbar.



Reaktionsprodukt ist eine orangefarbene Lösung. Die Farbe ist sicher auf das Vorhandensein neu geknüpfter Uran-Sauerstoff-Bindungen zurückzuführen. Die Analyse des Reaktionsgemisches erfolgte mit der ^{19}F -Kernresonanz: Diese zeigt im Gebiet +50 ppm (gegen $CFCl_3$) das Vorhandensein zahlreicher verschiedener $OTeF_5$ -Gruppen, kenntlich an den typischen AB_4 -Spektren höherer Ordnung. Aufschlußreicher ist dagegen das Gebiet -750 bis -820 ppm: Hier beobachtet man die Resonanzen der am Uranatom verbliebenen Fluoratome, s. Abb. 2.

Es werden stets 12 Linien gefunden, einige davon lassen sich sofort zweifelsfrei zuordnen: Die Ausgangsverbindung UF_6 findet sich als starke Linie bei $\delta = -764$ ppm. Die Feinstruktur von sechs Linien führt zur einwandfreien Zuordnung von $F_5U-OTeF_5$ mit einem Dublett-Quintett-Spektrum sowie von $cis-F_4U(OTeF_5)_2$ mit Triplett-Triplett-Spektrum und von $asym-F_3U(OTeF_5)_3$ mit einem Dublett-Triplett-Spektrum. Chemische Verschiebungen und Kopplungskonstanten sind aus Tab. 1 zu ersehen.

^{1,2)} L. Templeton, D. Templeton, N. Bartlett und K. Seppelt, Inorg. Chem., in Vorbereitung.

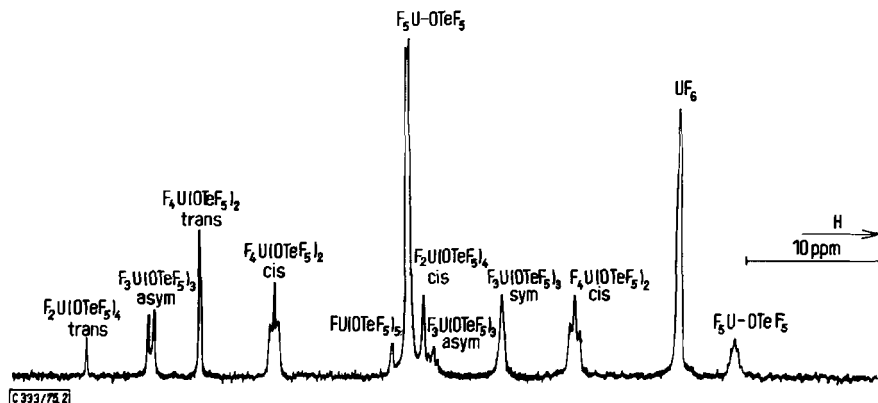


Abb. 2. ^{19}F -Kernresonanzspektrum eines Reaktionsgemisches $\text{UF}_6/\text{F}_3\text{Si}-\text{OTeF}_5$ im Verhältnis 1:1. Bereich -750 bis -820 ppm. Nur die Signale der an Uranatome gebundenen Fluoratome sind sichtbar

Tab. 1. ^{19}F -Kernresonanzdaten der Verbindungen $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$. Nur die Resonanzen der uran-gebundenen Fluoratome sind aufgeführt; 56.4 MHz, CFCl_3 als ext. Standard

		δ (ppm)	J_{AB} (Hz)
UF_6		-764.0	—
$\text{F}_5\text{U}-\text{OTeF}_5$	AB_4	A: -759.5 ; B ₄ : -785.7	9
<i>cis</i> - $\text{F}_4\text{U}(\text{OTeF}_5)_2$	A_2B_2	A_2 : -772.5 ; B ₂ : -796.4	14
<i>trans</i> - $\text{F}_4\text{U}(\text{OTeF}_5)_2$		-802.4	—
<i>sym</i> - $\text{F}_3\text{U}(\text{OTeF}_5)_3$		-778.3	—
<i>asym</i> - $\text{F}_3\text{U}(\text{OTeF}_5)_3$	AB_2	A: -783.7 ; B ₂ : -806.2	22
<i>cis</i> - $\text{F}_2\text{U}(\text{OTeF}_5)_4$		-784.5	—
<i>trans</i> - $\text{F}_2\text{U}(\text{OTeF}_5)_4$		-811.4	—
$\text{FU}(\text{OTeF}_5)_5$		-787.0	—
$\text{U}(\text{OTeF}_5)_6$		—	—

Die in Tab. 1 getroffene Zuordnung der Singulettlinien ergibt sich aus einem einfachen Schema, das aus Abb. 3 ersichtlich ist.

Trägt man die zweifelsfrei zugeordneten Linien in ein Diagramm ein, das die chemische Verschiebung mit der Gesamtzahl der am Uranatom verbliebenen Fluoratome korreliert, so finden sich alle Resonanzen auf zwei Linien: Fluoratome in *trans*-Stellung zu einem anderen Fluoratom finden sich auf einer *trans*-F-Linie gruppiert, solche in *trans*-Stellung zu einer OTeF_5 -Gruppe auf der *trans*-O-Linie. Uranhexafluorid ist dann das Anfangsglied auf der *trans*-F-Linie. Die Zuordnung der unbekanntenen Singulettlinien ergibt sich somit zwanglos, $\text{FU}(\text{OTeF}_5)_5$ ist dann das Endglied auf der *trans*-O-Linie. Korrelationsdiagramme ähnlicher Art sind schon für die Systeme $\text{SnF}_x\text{A}_{6-x}$ ¹³⁾, $\text{WF}_x\text{Cl}_{6-x}$ ⁶⁾, $\text{WF}_x(\text{OCH}_3)_{6-x}$ ¹⁴⁾ und $\text{TeF}_x(\text{OH})_{6-x}$ ¹⁵⁾ erarbeitet worden. In den genannten Systemen

¹³⁾ P. A. W. Dean und D. F. Evans, J. Chem. Soc. A 1968, 1154.

¹⁴⁾ L. B. Handy, K. G. Sharp und F. E. Brinkmann, Inorg. Chem. 11, 523 (1972).

¹⁵⁾ U. Elgud und H. Selig, Inorg. Chem. 14, 140 (1975).

wurden die chemischen Verschiebungen der Fluoratome mit der Anzahl weiterer *cis*- und *trans*-ständiger Fluoratome korreliert. Letzteres Verfahren gibt noch bessere empirische Resultate, ist aber weniger übersichtlich.

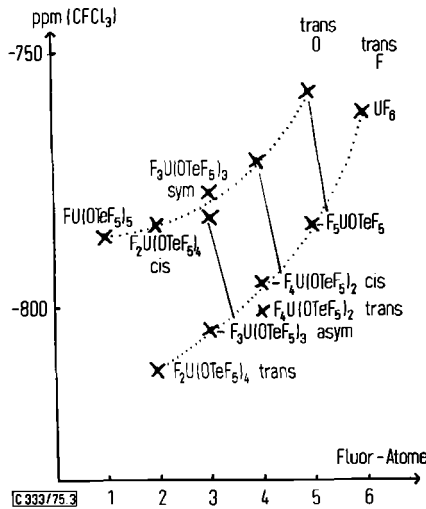


Abb. 3. Schematische Darstellung der chemischen Verschiebungen in Abhängigkeit von der Gesamtzahl der am Uranatom verbliebenen Fluoratome. Die Resonanzen der Verbindungen $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ gruppieren sich um zwei Linien: Solche Fluoratome, die *trans* zu einem anderen Fluoratom stehen, liegen auf der unteren Linie. Fluoratome in *trans*-Stellung zu einer $OTeF_5$ -Gruppe finden sich auf der oberen Linie

Als Ergebnis der Identifizierung der Verbindungen stellt man fest, daß alle Verbindungen der allgemeinen Formel $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ nachgewiesen wurden. Darüber hinaus wurden die isomeren Verbindungen *cis*- und *trans*- $F_4U(OTeF_5)_2$, *sym*- und *asym*- $F_3U(OTeF_5)_3$ und *cis*- und *trans*- $F_2U(OTeF_5)_4$ auch etwa im statistisch zu erwartenden Mengenverhältnis gefunden, siehe Tab. 2.

Tab. 2. Relative Konzentration isomerer Verbindungen im Vergleich zur statistischen Erwartung

	Experiment	stat. Erwartung
$F_4U(OTeF_5)_2$ <i>cis</i> : <i>trans</i>	4.8 : 1	4 : 1
$F_3U(OTeF_5)_3$ <i>sym</i> : <i>asym</i>	1.8 : 3	2 : 3
$F_2U(OTeF_5)_4$ <i>cis</i> : <i>trans</i>	2.7 : 1	4 : 1

Die Substitution am Uranatom erfolgt unter den genannten Bedingungen also weitgehend unabhängig von vorangegangener Substitution. Sicher ist dafür die Größe des Uranatoms verantwortlich.

Es ist nicht trivial darauf hinzuweisen, daß das Auffinden aller Isomeren $F_{2-4}U(OTeF_5)_{4-2}$ ein strenger Beweis für die oktaedrische Umgebung am Uranatom ist. Weder erfolgt Umwandlung der Isomeren ineinander noch ein Austausch nichtäquivalenter Fluoratome.

Die extreme chemische Verschiebung von etwa -800 ppm dieser Uranfluoride im Kernresonanzspektrum fordert einen Kommentar heraus. Diese Verschiebung wird bekanntlich auch schon im Uranhexafluorid gefunden und muß auf den temperaturabhängigen Paramagnetismus dieser Verbindung zurückgeführt werden. Da der Ersatz eines Fluorliganden im UF_6 durch $OTeF_5$ an der großen chemischen Verschiebung in der Kernresonanz nichts ändert, kann angenommen werden, daß die Verbindungen $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ ebenfalls paramagnetisch sind.

Alle Verbindungen $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ sind offensichtlich gelbe Flüssigkeiten, die bei Raumtemperatur flüchtig sind. Die Flüchtigkeit hängt stark von der Anzahl der $OTeF_5$ -Gruppen im Molekül ab. Am leichtesten flüchtig sind natürlich UF_6 und $F_5U-OTeF_5$, dann folgen die zweifach substituierten Verbindungen usw. Durch fraktionierte Destillation können so einzelne Verbindungen angereichert werden. Das NMR-Spektrum gibt dann Aufschluß über die relative Konzentration. $F_5U-OTeF_5$ konnte so auf etwa 65% Reinheit gebracht werden. Es enthielt etwa 25% UF_6 und 10% höhersubstituierte Derivate. Unter diesen Bedingungen ist es eine gelbe Flüssigkeit, die bei etwa $0 \pm 5^\circ C$ schmilzt und bei $95 \pm 5^\circ C$ siedet. Genauere physikalische Daten waren wegen der geringen Reinheit der Verbindung nicht zu erwarten. Beim Erhitzen bis zum Siedepunkt tritt schnell Disproportionierung in UF_6 und die anderen Verbindungen $F_xU(OTeF_5)_{6-x}$ ein.

Eine völlige Reindarstellung dieser Verbindungen ist auf chromatographischem Wege denkbar. Diese Möglichkeit wurde jedoch wegen der Radioaktivität all dieser Verbindungen nicht wahrgenommen.

Diese Arbeit wurde angeregt durch Prof. N. Bartlett in Berkeley/Californien, wo die Arbeit auch ausgeführt wurde. Mein Dank gilt Prof. Bartlett für die Förderung dieser Arbeit. Herrn Prof. Ch. Koch bin ich zu Dank verpflichtet für die Ausführung des Massenspektrums, Herrn Dr. R. Ohlsen, Space Science Lab., Berkeley, für die Bereitstellung des Programms zur Isotopenverteilungsberechnung. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft bin ich zu großem Dank verpflichtet für die Gewährung eines Auslandsstipendiums. Die Arbeit wurde finanziell unterstützt von der Energy Research and Development Administration.

Experimenteller Teil

Die ^{19}F -Kernresonanzmessungen wurden mit dem Gerät NV 14 der Firma Varian vermessen, Frequenz 56.4 MHz.

Als Ramanmeßgerät diente ein Cary 83, als Massenspektrometer ein MS 12 der Firma AEI.

Nichtflüchtige feuchtigkeitsempfindliche Substanzen wurden in einer Trockenbox der Firma Vacuum/Atmospheres, Californien, gehandhabt.

Die Reaktionen wurden an einer Metallvakuumapparatur in Gefäßen aus Kel-F (Chlortrifluoropolyäthylen) ausgeführt. Diese Gefäße haben Metallventile und sind an die Vakuumapparatur anschließbar.

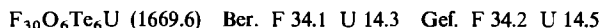
Uranhexafluorid stand zur Verfügung. $B(OTeF_5)_3$ wurde nach der Literatur⁹⁾ und $F_3Si-OTeF_5$ aus SiF_3Cl und $Hg(OTeF_5)_2$ hergestellt¹⁰⁾.

Uran-hexakis(pentafluoroorthotellurat) (1): In der Trockenbox werden 2.0 g (2.7 mmol) Bortris(pentafluoroorthotellurat)⁹⁾ in ein Reaktionsrohr eingefüllt. Anschließend werden an der Vakuumapparatur 5 ml Dichlortetrafluoräthan und 0.35 g (1 mmol) Uranhexafluorid einkondensiert. Die Mischung wird langsam auf Raumtemp. erwärmt, wobei eine Reaktion unter Gasentwicklung einsetzt. Der Druckanstieg durch entweichendes Bortrifluorid wird am Manometer

verfolgt. Es bildet sich ein gelbes Kristallinat. Durch Umschütteln und gelindes Erwärmen wird die Reaktion vervollständigt. Dann wird das Lösungsmittel abgepumpt. Zurück bleibt ein feinkristallines Pulver, das in der Trockenbox in einen Sublimator umgefüllt wird. Sublimation bei $60^{\circ}\text{C}/10^{-2}$ Torr ergibt **1** in gelben Kristallen. Wird die Sublimation bei höherem Druck und höherer Temperatur vorgenommen, so erhält man **1** in großen Kristallen, die deutlich ockergelb gefärbt sind.

Eine andere Reinigungsmöglichkeit besteht in der Umkristallisation aus Trichlorfluormethan. **1** ist ein gelbes, orangefarbenes oder ockergelbes Material, je nach Kristallgröße; sehr hydrolyseempfindlich, Schmp. 160°C unter langsamer Zersetzung. Ausb. 1.6 g (96%).

Ramanspektren (krist.): 740 (10), 721 (18), 676 (100), 636 (7), 325 (12), 301 (20), 227 (9), 185 (7), 135 (85) cm^{-1} . Als Erregerlicht muß rotes Licht verwendet werden, weil sich die Substanz bei kürzeren Wellenlängen zersetzt. — Massenspektrum (75 eV): $m/e = 1684 \text{ U}(\text{OTeF}_5)_6^+$, 1443 $\text{U}(\text{OTeF}_5)_5^+$, 1221 $\text{UF}(\text{OTeF}_5)_4^+$, 999 $\text{UF}_2(\text{OTeF}_5)_3^+$, 980 $\text{UF}(\text{OTeF}_5)_3^+$, 777 $\text{UF}_3(\text{OTeF}_5)_2^+$, 758 $\text{UF}_2(\text{OTeF}_5)_2^+$, 555 $\text{UF}_4\text{OTeF}_3^+$, 536 $\text{UF}_3\text{OTeF}_2^+$, 533 $\text{UOF}_2\text{OTeF}_3^+$, 333 UF_2^+ , 314 UF_4^+ , 311 UOF_3^+ , 289 UO_2F^+ , 273 UOF^+ , 254 UO^+ , 225 TeF_3^+ , 206 TeF_4^+ , 203 TeOF_3^+ , 187 TeF_3^+ , 168 TeF^+ , 149 TeF^+ , 130 Te^+ . Die Massenzahlen sind auf das Tellurisotop 130 bezogen. — ^{19}F -Kernresonanzspektrum: AB_4 -Spektrum, im Erscheinungsbild dem von $\text{F}_5\text{TeOO}\text{TeF}_5$ sehr ähnlich¹⁶⁾, Zentrum bei +48.5 ppm, $J(^{125}\text{Te}-\text{F}) = 3715$ Hz.



1 aus $\text{F}_3\text{Si}-\text{OTeF}_5$: 3.5 g (10 mmol) Uranhexafluorid, 10 ml $\text{C}_2\text{F}_4\text{Cl}_2$ und 30.8 g (95 mmol) Siliciumtrifluorid-pentafluororthotellurat werden nacheinander in ein Kel-F-Rohr einkondensiert und sehr langsam auf Raumtemp. erwärmt. Die Gasentwicklung ist wesentlich heftiger als bei der voranstehenden Reaktion. Die Aufarbeitung erfolgt, wie schon beschrieben. Ausb. 16.2 g (97%).

Uranfluorid-pentafluororthotellurate $\text{F}_x\text{U}(\text{OTeF}_5)_{6-x}$: 1.76 g (5 mmol) Uranhexafluorid werden zusammen mit 1.62 g (5 mmol) $\text{F}_3\text{Si}-\text{OTeF}_5$ ¹⁰⁾ in ein Kel-F-Röhrchen einkondensiert. Die Reaktion erfolgt beim Erwärmen auf Raumtemp. unter Verflüssigung des UF_6 und Gelbfärbung. Siliciumtetrafluorid wird durch vorsichtiges Abpumpen entfernt. Zurück bleibt eine gelbe Lösung, die das Kernresonanzspektrum in Abb. 3 zeigt: Alle Verbindungen $\text{F}_x\text{U}(\text{OTeF}_5)_{6-x}$ treten auf.

Uranpentafluorid-pentafluororthotellurat, Versuch zur Reindarstellung: 5.63 g (16 mmol) Uranhexafluorid werden wie beschrieben, aber ohne Lösungsmittel mit 2.59 g (8 mmol) $\text{F}_3\text{Si}-\text{OTeF}_5$ umgesetzt. Das Komponentenverhältnis 2 : 1 läßt viel Uranhexafluorid unreactiert. Destillation im dynamischen Vakuum von 10^{-2} Torr durch Kühlfallen der Temperatur -10 , -60 und -110°C ergibt eine Anreicherung an $\text{UF}_5-\text{OTeF}_5$ in der -60°C -Falle. Vorsichtiges Abpumpen bei -20°C führt zur Verminderung des UF_6 -Gehalts. Das Produkt besteht nach dem Kernresonanzspektrum aus 65% $\text{F}_5\text{U}-\text{OTeF}_5$, 25% UF_6 und 10% höhersubstituierten Derivaten.

Der Versuch, einen großen Ansatz desselben Reaktionsverhältnisses bei 15 Torr in einer Kolonne zu destillieren, führte zur Zersetzung des Produkts.

$\text{F}_5\text{U}-\text{OTeF}_5$ ist eine gelbe, leichtflüchtige Verbindung mit dem ungefähren Schmp. 0°C und dem ungefähren Sdp. 95°C . Wegen der starken Verunreinigung durch Uranhexafluorid sind diese Angaben schätzungsweise auf $\pm 5^{\circ}\text{C}$ genau.

¹⁶⁾ K. Seppelt und D. Nöthe, Inorg. Chem. 12, 2727 (1973).